



① 日本国特許庁

公開特許公報

特 許 願 (9)

昭和 48 年 11 月 15 日

特許庁長官殿

1 発 明 の 名 称
針状磁性材料の製造方法

2 発 明 者
住 所 大阪府門真市大字門真1006番地
松 下 電 器 産 業 株 式 有 限 公 司
氏 名 釘 富 公 一

3 特 許 出 願 人
住 所 大阪府門真市大字門真1006番地
名 称 (582) 松下電器産業株式会社
代 表 者 松 下 正 治

4 代 理 人 〒 571
住 所 大阪府門真市大字門真1006番地
松下電器産業株式会社内
氏 名 (5971) 井理士 中尾敏男
(ほか 1 名)

5 添付書類の目録
(1) 明 細 書
(2) 委 任 状
(3) 願 書 副 本



⑪特開昭 50 - 78599
⑬公開日 昭50.(1975) 6.26
⑭特願昭 48 - 128923
⑮出願日 昭48.(1973) 11.15
審査請求 未請求 (全3頁)

庁内整理番号

6923 41
6377 57

⑫日本分類

15 PD
62. B0

⑬Int.Cl?

C01G 49/00
H01F 1/10

BEST AVAILABLE COPY

明 細 書

1. 発明の名称

針状磁性材料の製造方法

2. 特許請求の範囲

針状の γ - Fe_2O_3 にフェライトを構成する他の元素として Mn , Zn , Co , Ni の化合物の少なくとも一種以上を添加し、この混合物を焼成物として $200 \sim 600^\circ\text{C}$ の温度で水熱処理することを特徴とする針状磁性材料の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明はとくに磁気ヘッドとして有用な針状磁性材料の製造方法に関するものである。

従来から磁性材料としてのスピネル型フェライトは水熱処理によって作り得ることが報告されている。これらの方法で生成したスピネル型フェライトはすべての結晶粒子が球状あるいは立方状をしている。上述のごときスピネル型フェライトはその結晶構造が立方晶に属するものであって、上述の効果は当然のことと受け取られており、針状のスピネル型フェライトを得ることはきわめてむ

ずかしいものであった。

本発明は上述のごとき概念を打破して針状磁性材料の製造方法を提供しようとするものである。すなわち、本発明の方法は原料として針状の γ - Fe_2O_3 と、フェライトとすべき必要元素として、 Mn , Zn , Co , Ni の化合物の少なくとも一種以上とを混合して焼成物とし、この焼成物を $200 \sim 600^\circ\text{C}$ の温度で水熱処理することによって針状のフェライト材料を得ようとするものである。

ここに使用する針状の γ - Fe_2O_3 は、たとえば針状の α - FeOOH を公知の手段で脱水し、還元したのちに酸化することによって得られる。 γ - Fe_2O_3 と Fe_3O_4 とは固溶体を形成し易く、完全な γ - Fe_2O_3 を得ることは難しい。ここに使用する針状の γ - Fe_2O_3 は上述のごとき γ - Fe_2O_3 と Fe_3O_4 との固溶体であっても差しつかえない。このような針状の γ - Fe_2O_3 にはスピネル型フェライトとするに必要な他の元素をたとえば酸化物、水酸化物として加える。これらの化合物は微粒子であることが望ましく、また均一な針状のスピネ

ル型フェライト粒子を得るために針状の $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ に一種に混合されていることが望ましい。スピネル型フェライトとするにはMn, Zn, Co, Ni, の化合物またはそれら化合物の複数を組合せることによって達成される。ついで、上述の混合物に蒸留水を加えて泥状物とする。反応を促進するためにはここでアルカリ物質を添加することが効果的である。また、Mn, Zn, Co, Ni, を塩の形で水溶液として針状の $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ の粉末に促和し、アルカリ物質を少しずつ加えることによって、金属塩を微細な酸化物または水酸化物として沈澱させ、かつ十分に促和することができる。このようにして得られた泥状物は、その後オートクレーブ中に充填して200~600℃の温度で水熱処理する。水熱処理の温度は200℃より低いと添加した化合物が未反応のまま残り、また600℃より高いとスピネル型フェライト粒子の形状が大きく変化し、立方状あるいは球状となる割合が多くなって針状粒子の収率が低下するため好ましくない。

上述のようにして得られたフェライト材料は高

い針状比をもった微粒子であり、そのまゝ軟磁性フェライト磁粉体の原料として使用される。その他配向性フェライト磁粉体の原料として使用される。配向性フェライト磁粉体とは、磁粉体を構成する粒子のひとつの結晶軸が磁粉体全体に亘ってほぼ同方向に整った微細構造をもつものである。上述した針状のフェライト粉末を磁場中で成形することによって得た配向性フェライト磁粉体の結晶軸は〈110〉軸となる。そして、この配向性フェライト磁粉体から、径径整列した(110)面がトラック面となるように作成した磁気ヘッドは、通常のフェライト磁粉体より作成した磁気ヘッドに比較して数倍の耐摩耗性を有している。

以下、本発明の実施例を詳述する。

実施例1

平均針状長が約0.3 μ mである $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 粉末200gに $\text{MnSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 粉末185g, ZnCl_2 粉末71gを800ccの水溶液として加え、よく混練したのちに少量の可性ソーダ溶液を加えてPH12の泥状物とした。その後、上述の泥状物をオートク

レーブ中に充填し、380℃の温度で8時間水熱処理をして、平均針状長が約0.3 μ mである針状の磁性粒子を得た。この針状の磁性粒子はX線回折して相を固定したところスピネル型フェライトであった。また電子顕微鏡で調べたところ針状方向にスピネルの〈110〉軸が整ったものであった。かかる針状の磁性粒子は800サイクルの振動を利用した押型を用いて、その圧力方向に直交な方向に3000ガスの圧力を加えながら成型した。そして、この成型体は1380℃、300g/cm²の条件下でホットプレス焼結して(110)面が径径配向したフェライト磁粉体を得た。この磁粉体の(110)面の配向度は径径70%であった。

配向度は径径整列した(110)面に平行な面を切出し、その面に映る帯性X線 F_{0k0} を測ることにによってX線回折面をとり、次式によって算出した。

$$\text{配向度} = \frac{I_{000}/I_{\text{total}} - I_{000}^0/I_{\text{total}}}{1 - I_{000}^0/I_{\text{total}}} \times 100 (\%)$$

ここで、 I_{000} は配向性フェライト磁粉体の(000)

面によるX線回折線の積分強度であり、 I_{total} はすべての回折線の積分強度の和であり、 I_{000}^0 は通常のフェライト磁粉体のものである。

上述のようにして得た配向性フェライトを用いて、径径配向した(110)面が磁気テープと接触する面となるように模擬磁気ヘッドを作成した。模擬磁気ヘッドの形状は接触面を巾200 μ m、長さ2mmとした。そして、かかる模擬磁気ヘッドをビデオテープレコーダに取り付け、 CrO_2 の磁気テープとの相対速度を12mm/secとして、100時間走行させたところ摩耗量は約10 μ mであった。これに対して、同一形状に通常のホットプレスフェライトより作成した模擬磁気ヘッドの摩耗量は25 μ mであった。

実施例2

平均針状長が約0.3 μ mである $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 粉末200gに MnCO_3 115gを配合し、ホルミルで十分に混練したのちに0.1規定の可性カリ溶液500ccとともにオートクレーブ中に充填し、320℃の温度で1.5時間水熱処理して平均針状長が0.3 μ m

の針状の磁性粒子を得た。このようにして得た針状の磁性粒子は、X線回折と定量分析したところマンガンフェライトであった。また、上述の針状磁性粒子を配向性フェライトとし、この配向性フェライトから作成した磁気ヘッドは実施例1と同様に通常の磁気ヘッドと比較してきわめて耐摩耗性のよいものであった。

実施例 2

平均針状長 0.5μ の針状の $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 粉末200gに $\text{Cd}(\text{OH})_2$ 粉末10gを加え、ボールミルで十分に混練したのちにオートクレーブ中に充填し、 400°C の温度で2時間水熱処理して、平均針状長が 0.5μ の針状の磁性粒子を得た。このようにして得た針状の磁性粒子は、X線回折と定量分析したところスピネル型のコバルトフェライトであった。また実施例1と同様にして上述の針状磁性粒子より作成した磁気ヘッドは、通常の磁気ヘッドと比較してきわめて耐摩耗性の良好なものであった。

実施例 4

平均針状長が 0.5μ の針状の $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 粉末200gに厚さ 0.05μ の平均粒径の NiO 粉末71gを配合し、ボールミルで十分に混合したのちに 0.5 規定の可性ソーダ溶液700ccを加え、よく混練して泥状物とした。その後、上述の泥状物をオートクレーブ中に充填して 250°C の温度で2時間水熱処理して、平均針状長が 0.4μ の針状の磁性粒子を得た。この針状の磁性粒子はX線回折と定量分析をしたところスピネル型のニッケルフェライトであった。

以上のごとく本発明によれば、配向性フェライト焼結体の原料としての針状のフェライト粒子を得ることができ、とくに耐摩耗性のすぐれたスピネル型の配向性フェライトを提供できるものである。

代理人の氏名 弁理士 中 尾 敏 男 ほか1名

6 前記以外の代理人

住 所 大阪府門真市大字門真1006番地
松下電器産業株式会社内
氏 名 (6152) 弁理士 栗 野 重 幸

BEST AVAILABLE COPY